

This Page Is Inserted by IFW Operations
and is not a part of the Official Record

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images may include (but are not limited to):

- BLACK BORDERS
- TEXT CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- FADED TEXT
- ILLEGIBLE TEXT
- SKEWED/SLANTED IMAGES
- COLORED PHOTOS
- BLACK OR VERY BLACK AND WHITE DARK PHOTOS
- GRAY SCALE DOCUMENTS

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

**As rescanning documents *will not* correct images,
please do not report the images to the
Image Problem Mailbox.**

THIS PAGE BLANK (USPTO)

PATENT COOPERATION TREATY

PCT

NOTIFICATION OF ELECTION

(PCT Rule 61.2)

From the INTERNATIONAL BUREAU

To:

Assistant Commissioner for Patents
United States Patent and Trademark
Office
Box PCT
Washington, D.C.20231
ETATS-UNIS D'AMERIQUE

in its capacity as elected Office

Date of mailing:

02 June 2000 (02.06.00)

International application No.:

PCT/JP99/06478

Applicant's or agent's file reference:

AP981009PCT

International filing date:

19 November 1999 (19.11.99)

Priority date:

20 November 1998 (20.11.98)

Applicant:

NAKAMURA, Kozo et al

1. The designated Office is hereby notified of its election made:



in the demand filed with the International preliminary Examining Authority on:

29 March 2000 (29.03.00)



in a notice effecting later election filed with the International Bureau on:

2. The election ☒ was



was not

made before the expiration of 19 months from the priority date or, where Rule 32 applies, within the time limit under Rule 32.2(b).

The International Bureau of WIPO
34, chemin des Colombettes
1211 Geneva 20, Switzerland

Facsimile No.: (41-22) 740.14.35

Authorized officer:

J. Zahra

Telephone No.: (41-22) 338.83.38

THIS PAGE BLANK (USPTO)

E P

PCT
国際調査報告(法 8 条、法施行規則第40、41条)
〔PCT 18 条、PCT 規則43、44〕

出願人又は代理人 の書類記号 AP981009PCT	今後の手続きについては、国際調査報告の送付通知様式(PCT/ISA/220) 及び下記5を参照すること。		
国際出願番号 PCT/J P 99/06478	国際出願日 (日.月.年) 19. 11. 99	優先日 (日.月.年) 20. 11. 98	
出願人 (氏名又は名称) コマツ電子金属株式会社			

国際調査機関が作成したこの国際調査報告を法施行規則第41条 (PCT 18 条) の規定に従い出願人に送付する。
この写しは国際事務局にも送付される。

この国際調査報告は、全部で 3 ページである。

☐ この調査報告に引用された先行技術文献の写しも添付されている。

1. 国際調査報告の基礎

a. 言語は、下記に示す場合を除くほか、この国際出願がされたものに基づき国際調査を行った。

☐ この国際調査機関に提出された国際出願の翻訳文に基づき国際調査を行った。

b. この国際出願は、ヌクレオチド又はアミノ酸配列を含んでおり、次の配列表に基づき国際調査を行った。

☐ この国際出願に含まれる書面による配列表

☐ この国際出願と共に提出されたフレキシブルディスクによる配列表

☐ 出願後に、この国際調査機関に提出された書面による配列表

☐ 出願後に、この国際調査機関に提出されたフレキシブルディスクによる配列表

☐ 出願後に提出した書面による配列表が出願時における国際出願の開示の範囲を超える事項を含まない旨の陳述書の提出があった。

☐ 書面による配列表に記載した配列とフレキシブルディスクによる配列表に記録した配列が同一である旨の陳述書の提出があった。

2. ☐ 請求の範囲の一部の調査ができない (第 I 欄参照)。

3. ☐ 発明の単一性が欠如している (第 II 欄参照)。

4. 発明の名称は ☒ 出願人が提出したものを承認する。

☐ 次に示すように国際調査機関が作成した。

5. 要約は ☒ 出願人が提出したものを承認する。

☐ 第 III 欄に示されているように、法施行規則第47条 (PCT 規則38.2(b)) の規定により、国際調査機関が作成した。出願人は、この国際調査報告の発送の日から 1 カ月以内にこの国際調査機関に意見を提出することができる。

6. 要約書とともに公表される図は、

第 1 図とする。 ☒ 出願人が示したとおりである。

☐ なし

☐ 出願人は図を示さなかった。

☐ 本図は発明の特徴を一層よく表している。

THIS PAGE BLANK (USPTO)

A. 発明の属する分野の分類 (国際特許分類 (IPC))

Int. Cl. C30B29/06

B. 調査を行った分野

調査を行った最小限資料 (国際特許分類 (IPC))

Int. Cl. C30B1/00-35/00

最小限資料以外の資料で調査を行った分野に含まれるもの

日本国実用新案公報 1926-1996年
 日本国公開実用新案公報 1971-2000年
 日本国登録実用新案公報 1994-2000年
 日本国実用新案登録公報 1996-2000年

国際調査で使用した電子データベース (データベースの名称、調査に使用した用語)

C. 関連すると認められる文献

引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求の範囲の番号
X X X Y A	JP, 08-330316, A (住友シックス株式会社), 13. 12月. 1996 (13. 12. 96), 【0008】欄, 【図1】 (A) 【図2】 【0036】欄 【図2】 & US, 5954873, A	1 2, 5, 6, 10, 11 4 3 7-9, 13
X	宝来正隆ほか, 「Si結晶成長の欠陥制御技術」, 日本結晶成長学会誌, 12月 1998, 第25巻, 第5号, p. 207-213 特にp. 211とFig. 6参照	12

☒ C欄の続きにも文献が列挙されている。☐ パテントファミリーに関する別紙を参照。

* 引用文献のカテゴリー

「A」 特に関連のある文献ではなく、一般的技術水準を示すもの
 「E」 国際出願日前の出願または特許であるが、国際出願日以後に公表されたもの
 「L」 優先権主張に疑義を提起する文献又は他の文献の発行日若しくは他の特別な理由を確立するために引用する文献 (理由を付す)
 「O」 口頭による開示、使用、展示等に言及する文献
 「P」 国際出願日前で、かつ優先権の主張の基礎となる出願

の日の後に公表された文献

「T」 国際出願日又は優先日後に公表された文献であって出願と矛盾するものではなく、発明の原理又は理論の理解のために引用するもの
 「X」 特に関連のある文献であって、当該文献のみで発明の新規性又は進歩性がないと考えられるもの
 「Y」 特に関連のある文献であって、当該文献と他の1以上の文献との、当業者にとって自明である組合せによって進歩性がないと考えられるもの
 「&」 同一パテントファミリー文献

国際調査を完了した日

15. 02. 00

国際調査報告の発送日

22.02.00

国際調査機関の名称及びあて先

日本国特許庁 (ISA/J P)

郵便番号100-8915

東京都千代田区霞が関三丁目4番3号

特許庁審査官 (権限のある職員)

五十 棲 毅



4G 9440

電話番号 03-3581-1101 内線 3416

THIS PAGE BLANK (USPTO)

C (続き) . 関連すると認められる文献		
引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求の範囲の番号
Y	JP, 08-268794, A (住友シックス株式会社), 15. 10月. 1996 (15. 10. 96), 【請求項2】 (ファミリーなし)	3
PX	JP, 11-157995, A (住友シックス株式会社), 15. 6月. 1999 (15. 06. 99), 【請求項1】 , 【図1】 , 【図5】 (b) (ファミリーなし)	1, 2, 5, 6, 10, 11
A	JP, 10-152395, A (コマツ電子金属株式会社), 9. 6月. 1998 (09. 06. 98) & US, 5968262, A	7-9, 13

THIS PAGE BLANK (USPTO)

4T

特 許 協 力 条 約

P C T

国際予備審査報告

(法第12条、法施行規則第56条)
〔PCT36条及びPCT規則70〕

REC'D 27 OCT 2000

WIPO PCT

出願人又は代理人 の書類記号 AP981009PCT	今後の手続きについては、国際予備審査報告の送付通知(様式PCT/IPEA/416)を参照すること。	
国際出願番号 PCT/JP99/06478	国際出願日 (日.月.年) 19.11.99	優先日 (日.月.年) 20.11.98
国際特許分類(IPC) Int. Cl. C30B29/06		
出願人(氏名又は名称) コマツ電子金属株式会社		

- 国際予備審査機関が作成したこの国際予備審査報告を法施行規則第57条(PCT36条)の規定に従い送付する。
- この国際予備審査報告は、この表紙を含めて全部で 4 ページからなる。
☐ この国際予備審査報告には、附属書類、つまり補正されて、この報告の基礎とされた及び/又はこの国際予備審査機関に対してした訂正を含む明細書、請求の範囲及び/又は図面も添付されている。
(PCT規則70.16及びPCT実施細則第607号参照)
この附属書類は、全部で ページである。
- この国際予備審査報告は、次の内容を含む。
I ☒ 国際予備審査報告の基礎
II ☐ 優先権
III ☐ 新規性、進歩性又は産業上の利用可能性についての国際予備審査報告の不作成
IV ☐ 発明の単一性の欠如
V ☒ PCT35条(2)に規定する新規性、進歩性又は産業上の利用可能性についての見解、それを裏付けるための文献及び説明
VI ☐ ある種の引用文献
VII ☐ 国際出願の不備
VIII ☐ 国際出願に対する意見

国際予備審査の請求書を受理した日 29.03.00	国際予備審査報告を作成した日 13.10.00	
名称及びあて先 日本国特許庁(IPEA/JP) 郵便番号100-8915 東京都千代田区霞が関三丁目4番3号	特許庁審査官(権限のある職員) 五十 棲 毅	4G 9440
電話番号 03-3581-1101 内線 3416		

様式PCT/IPEA/409(表紙)(1998年7月)

THIS PAGE BLANK (USPTO)

I. 国際予備審査報告の基礎

1. この国際予備審査報告は下記の出願書類に基づいて作成された。(法第6条(PCT 14条)の規定に基づく命令に
 応答するために提出された差し替え用紙は、この報告書において「出願時」とし、本報告書には添付しない。
 PCT規則70.16, 70.17)

☒ 出願時の国際出願書類

- ☐ 明細書 第 _____ ページ、 出願時に提出されたもの
 明細書 第 _____ ページ、 国際予備審査の請求書と共に提出されたもの
 明細書 第 _____ ページ、 _____ 付の書簡と共に提出されたもの
- ☐ 請求の範囲 第 _____ 項、 出願時に提出されたもの
 請求の範囲 第 _____ 項、 PCT 19条の規定に基づき補正されたもの
 請求の範囲 第 _____ 項、 国際予備審査の請求書と共に提出されたもの
 請求の範囲 第 _____ 項、 _____ 付の書簡と共に提出されたもの
- ☐ 図面 第 _____ ページ/図、 出願時に提出されたもの
 図面 第 _____ ページ/図、 国際予備審査の請求書と共に提出されたもの
 図面 第 _____ ページ/図、 _____ 付の書簡と共に提出されたもの
- ☐ 明細書の配列表の部分 第 _____ ページ、 出願時に提出されたもの
 明細書の配列表の部分 第 _____ ページ、 国際予備審査の請求書と共に提出されたもの
 明細書の配列表の部分 第 _____ ページ、 _____ 付の書簡と共に提出されたもの

2. 上記の出願書類の言語は、下記に示す場合を除くほか、この国際出願の言語である。

上記の書類は、下記の言語である _____ 語である。

- ☐ 国際調査のために提出されたPCT規則23.1(b)にいう翻訳文の言語
☐ PCT規則48.3(b)にいう国際公開の言語
☐ 国際予備審査のために提出されたPCT規則55.2または55.3にいう翻訳文の言語

3. この国際出願は、ヌクレオチド又はアミノ酸配列を含んでおり、次の配列表に基づき国際予備審査報告を行った。

- ☐ この国際出願に含まれる書面による配列表
☐ この国際出願と共に提出されたフレキシブルディスクによる配列表
☐ 出願後に、この国際予備審査(または調査)機関に提出された書面による配列表
☐ 出願後に、この国際予備審査(または調査)機関に提出されたフレキシブルディスクによる配列表
☐ 出願後に提出した書面による配列表が出願時における国際出願の開示の範囲を超える事項を含まない旨の陳述書の提出があった
☐ 書面による配列表に記載した配列とフレキシブルディスクによる配列表に記録した配列が同一である旨の陳述書の提出があった。

4. 補正により、下記の書類が削除された。

- ☐ 明細書 第 _____ ページ
☐ 請求の範囲 第 _____ 項
☐ 図面 図面の第 _____ ページ/図

5. ☐ この国際予備審査報告は、補充欄に示したように、補正が出願時における開示の範囲を越えてされたものと認められるので、その補正がされなかったものとして作成した。(PCT規則70.2(c) この補正を含む差し替え用紙は上記1.における判断の際に考慮しなければならない、本報告に添付する。)

THIS PAGE BLANK (USPTO)

V. 新規性、進歩性又は産業上の利用可能性についての法第12条(PCT35条(2))に定める見解、それを裏付ける文献及び説明

1. 見解

新規性(N)	請求の範囲	2-9, 13	有
	請求の範囲	1, 10-12	無
進歩性(IS)	請求の範囲	7-9, 13	有
	請求の範囲	1-6, 10-12	無
産業上の利用可能性(IA)	請求の範囲	1-13	有
	請求の範囲		無

2. 文献及び説明(PCT規則70.7)

(請求項1について)

文献1または文献4より新規性及び進歩性を有しない。

国際調査報告で引用された文献1; JP, 08-330316, A(住友チックス株式会社), 13. 12月. 1996(13. 12. 96)の段落【0008】及び【図1】(A)には、中速育成によりOSFリングと無欠陥領域(本願の「完全結晶部分」に相当)を含むシリコン単結晶ウェーハを得ることが開示されている。

国際調査報告で引用された文献4; JP, 11-157995, A(住友チックス株式会社), 15. 6月. 1999(15. 06. 99)の【請求項1】には、結晶面内にリング状に現れる酸化誘起積層欠陥(本願の「OSFリング」に相当)の潜在領域の半径が結晶半径の70%~0%の範囲になるように、V/G値を所定の限界値以上で制御することが開示されている。

(請求項2について)

文献1または文献4より進歩性を有しない。

請求項2に記載された条件は、文献1の【図2】に示されたプロファイルから、当業者が容易に導き出せるものにすぎない。

Gの温度範囲設定につき、本願請求項1ではシリコン融点から1350℃までであるのに対し、文献1では融点から1300℃までと相違するが、当該温度範囲の設定に格段の物理的意味があるものとは認められない。G_{outer}/G_{center}の最適な範囲は、当業者が上記プロファイルに基づき容易に求め得るものである。

同様に、請求項2に記載された条件は、文献4の【図1】に示されたプロファイルから、当業者が容易に導き出せるものにすぎない。

(請求項3について)

文献1及び文献3より進歩性を有しない。

国際調査報告で引用された文献3; JP, 08-268794, A(住友チックス株式会社), 15. 10月. 1996(15. 10. 96)の【請求項2】には、V/Gが目標値に制御されるように、融液からの輻射の遮断によりGを操作することが記載されている。

(請求項4について)

文献1より進歩性を有しない。

文献1の段落【0036】には、引き上げ速度を調整することが記載されている。

THIS PAGE BLANK (USPTO)

補充欄 (いずれかの欄の大きさが足りない場合に使用すること)

第 V 欄の続き

(請求項 5、6 について)

文献 1 または 4、あるいは文献 1 及び文献 3 より進歩性を有しない。

請求項 2 の方法が文献 1 または文献 4 から、請求項 3 の方法が文献 1 及び文献 3 から、そして請求項 4 の方法が文献 1 から当業者が容易に導き出せる以上、それらの方法により得られるウェハに関する請求項 5、6 の発明も、文献 1 または文献 4、あるいは文献 1 及び文献 3 より進歩性を有しないものである。

(請求項 10、11 について)

文献 1 または文献 4 より新規性を有しない。

文献 1 の【図2】、文献 4 の【図1】に実質的に開示されている。

(請求項 12 について)

文献 2 より新規性を有しない。

文献 2 の p. 211、Fig. 6 を参照するに、既に同様の試みがなされているといえる。

(請求項 7-9、13 について)

新規性及び進歩性を有する。

請求項 7-9、13 に係る発明は、国際調査報告で引用された文献 1-5 に記載されておらず、当業者が単に先行技術から明白に又は論理的に導くことができるものであるともいえない。

THIS PAGE BLANK (USPTO)

3T
Translation

PATENT COOPERATION TREATY

PCT

INTERNATIONAL PRELIMINARY EXAMINATION REPORT

(PCT Article 36 and Rule 70)

Applicant's or agent's file reference AP981009PCT	FOR FURTHER ACTION See Notification of Transmittal of International Preliminary Examination Report (Form PCT/IPEA/416)	
International application No. PCT/JP99/06478	International filing date (day/month/year) 19 November 1999 (19.11.99)	Priority date (day/month/year) 20 November 1998 (20.11.98)
International Patent Classification (IPC) or national classification and IPC C30B 29/06		
Applicant KOMATSU ELECTRONIC METALS CO., LTD.		

1. This international preliminary examination report has been prepared by this International Preliminary Examining Authority and is transmitted to the applicant according to Article 36.

2. This REPORT consists of a total of 4 sheets, including this cover sheet.

☐ This report is also accompanied by ANNEXES, i.e., sheets of the description, claims and/or drawings which have been amended and are the basis for this report and/or sheets containing rectifications made before this Authority (see Rule 70.16 and Section 607 of the Administrative Instructions under the PCT).

These annexes consist of a total of _____ sheets.

3. This report contains indications relating to the following items:

- I ☒ Basis of the report
- II ☐ Priority
- III ☐ Non-establishment of opinion with regard to novelty, inventive step and industrial applicability
- IV ☐ Lack of unity of invention
- V ☒ Reasoned statement under Article 35(2) with regard to novelty, inventive step or industrial applicability; citations and explanations supporting such statement
- VI ☐ Certain documents cited
- VII ☐ Certain defects in the international application
- VIII ☐ Certain observations on the international application

Date of submission of the demand 29 March 2000 (29.03.00)	Date of completion of this report 13 October 2000 (13.10.2000)
Name and mailing address of the IPEA/JP	Authorized officer
Facsimile No.	Telephone No.

THIS PAGE BLANK (USPTO)

INTERNATIONAL PRELIMINARY EXAMINATION REPORT

International application No.

PCT/JP99/06478

I. Basis of the report

1. With regard to the elements of the international application:*

- ☒ the international application as originally filed
- ☐ the description:
 pages _____, as originally filed
 pages _____, filed with the demand
 pages _____, filed with the letter of _____
- ☐ the claims:
 pages _____, as originally filed
 pages _____, as amended (together with any statement under Article 19
 pages _____, filed with the demand
 pages _____, filed with the letter of _____
- ☐ the drawings:
 pages _____, as originally filed
 pages _____, filed with the demand
 pages _____, filed with the letter of _____
- ☐ the sequence listing part of the description:
 pages _____, as originally filed
 pages _____, filed with the demand
 pages _____, filed with the letter of _____

2. With regard to the language, all the elements marked above were available or furnished to this Authority in the language in which the international application was filed, unless otherwise indicated under this item.

These elements were available or furnished to this Authority in the following language _____ which is:

- ☐ the language of a translation furnished for the purposes of international search (under Rule 23.1(b)).
- ☐ the language of publication of the international application (under Rule 48.3(b)).
- ☐ the language of the translation furnished for the purposes of international preliminary examination (under Rule 55.2 and/or 55.3).

3. With regard to any nucleotide and/or amino acid sequence disclosed in the international application, the international preliminary examination was carried out on the basis of the sequence listing:

- ☐ contained in the international application in written form.
- ☐ filed together with the international application in computer readable form.
- ☐ furnished subsequently to this Authority in written form.
- ☐ furnished subsequently to this Authority in computer readable form.
- ☐ The statement that the subsequently furnished written sequence listing does not go beyond the disclosure in the international application as filed has been furnished.
- ☐ The statement that the information recorded in computer readable form is identical to the written sequence listing has been furnished.

4. ☐ The amendments have resulted in the cancellation of:

- ☐ the description, pages _____
- ☐ the claims, Nos. _____
- ☐ the drawings, sheets/fig _____

5. ☐ This report has been established as if (some of) the amendments had not been made, since they have been considered to go beyond the disclosure as filed, as indicated in the Supplemental Box (Rule 70.2(c)).**

* Replacement sheets which have been furnished to the receiving Office in response to an invitation under Article 14 are referred to in this report as "originally filed" and are not annexed to this report since they do not contain amendments (Rule 70.16 and 70.17).

** Any replacement sheet containing such amendments must be referred to under item 1 and annexed to this report.

THIS PAGE BLANK (USPTO)

INTERNATIONAL PRELIMINARY EXAMINATION REPORT

International application No.

PCT/JP99/06478

V. Reasoned statement under Article 35(2) with regard to novelty, inventive step or industrial applicability; citations and explanations supporting such statement

1. Statement

Novelty (N)	Claims	2-9,13	YES
	Claims	1,10-12	NO
Inventive step (IS)	Claims	7-9,13	YES
	Claims	1-6,10-12	NO
Industrial applicability (IA)	Claims	1-13	YES
	Claims		NO

2. Citations and explanations

(Concerning claim 1)

The subject matter of claim 1 does not appear to be novel or to involve an inventive step in view of document 1 or 4.

Document 1 [JP, 8-330316, A (Sumitomo Sitix Corp.), 13 December, 1996 (13.12.96), paragraph [0008] and [Fig. 1](A)] cited in the ISR describes a method of obtaining a silicon single crystal wafer containing an OSF ring and a defect-free region (corresponding to the "perfect crystal portion" of the present application) by growing at a medium rate.

Document 4 [JP, 11-157995, A (Sumitomo Sitix Corp.), 15 June, 1999 (15.06.99) [claim 1]] cited in the ISR describes a method of controlling the V/G value at or above a predetermined limit value, to ensure that the radius of the latent region of an annularly appearing oxidation-induced lamination defect in a crystal face (corresponding to the "OSF ring" of the present application) may be kept at between 70% and 0% of the crystal radius.

(Concerning claim 2)

The subject matter of claim 2 does not appear to involve an inventive step in view of document 1 or 4.

A person skilled in the art could easily have derived the conditions described in claim 2 from the profile shown in [Fig. 2] of document 1.

The temperature range set for G in claim 2 of the present application is from the melting point of silicon to 1350°C, but the range of document 1 is from this melting point to 1300°C, and is thus different from that of claim 2. However, the setting of this temperature range cannot be considered to have any special physical meaning. A person skilled in the art could easily have obtained the optimum range of G outer/G center based on the above profile.

Similarly, a person skilled in the art could easily have derived the conditions described in claim 2 from the profile shown in [Fig. 1] of document 4.

(Concerning claim 3)

The subject matter of claim 3 does not appear to involve an inventive step in view of documents 1 and 3.

Document 3 [JP, 8-268794, A (Sumitomo Sitix Corp.), 15 October, 1996 (15.10.96), [claim 2]] cited in the ISR describes a method of controlling G by intercepting the radiation from a melt with a view to ensuring that V/G can be controlled at the desired value.

(Concerning claim 4)

The subject matter of claim 4 does not appear to involve an inventive step in view of document 1.

Document 1 (paragraph [0036]) describes a method of adjusting the pull-up speed.

THIS PAGE BLANK (USPTO)

INTERNATIONAL PRELIMINARY EXAMINATION REPORT

International application No.

PCT/JP99/06478

Supplemental Box

(To be used when the space in any of the preceding boxes is not sufficient)

Continuation of Box V (Citations and explanations):

(Concerning claims 5-6)

The subject matters of claims 5-6 do not appear to involve an inventive step in view of document 1 or 4, or documents 1 and 3.

A person skilled in the art could easily have derived the method of claim 2 from document 1 or 4, the method of claim 3 from documents 1 and 3, and the method of claim 4 from document 1. Therefore, the subject matters of claims 5-6 concerning the wafer obtained using these methods do not appear to involve an inventive step in view of document 1 or 4 or documents 1 and 3.

(Concerning claims 10-11)

The subject matters of claims 10-11 do not appear to be novel in view of document 1 or 4.

The subject matters of claims 10-11 are substantially described in [Fig. 2] of document 1 or [Fig. 1] of document 4.

(Concerning claim 12)

The subject matter of claim 12 does not appear to be novel in view of document 2.

In reference to document 2 (page 211, Fig. 6), it is considered that a similar attempt has already been made.

(Concerning claims 7-9 and 13)

The subject matters of claims 7-9 and 13 appear to be novel and to involve an inventive step.

The subject matters of claims 7-9 and 13 are neither described in any of documents 1-5 cited in the ISR nor could have been obviously or theoretically derived by a person skilled in the art simply from the prior art.

THIS PAGE BLANK (USPTO)

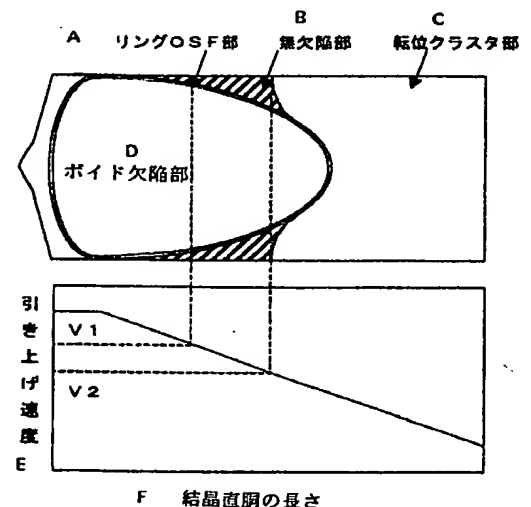
(51) 国際特許分類7 C30B 29/06		A1	(11) 国際公開番号 WO00/31326
			(43) 国際公開日 2000年6月2日(02.06.00)
(21) 国際出願番号 PCT/JP99/06478		(74) 代理人 正林真之(SHOBAYASHI, Masayuki) 〒171-0022 東京都豊島区南池袋3丁目18番34号 池袋シティハイツ701 Tokyo, (JP)	
(22) 国際出願日 1999年11月19日(19.11.99)			
(30) 優先権データ 特願平10/330714 1998年11月20日(20.11.98) JP 特願平11/078498 1999年3月23日(23.03.99) JP		(81) 指定国 KR, US, 欧州特許 (DE, IT)	
(71) 出願人 (米国を除くすべての指定国について) コマツ電子金属株式会社 (KOMATSU ELECTRONIC METALS CO., LTD.)[JP/JP] 〒254-0014 神奈川県平塚市四之宮2612番地 Kanagawa, (JP)		添付公開書類 国際調査報告書	
(72) 発明者 ; および (75) 発明者 / 出願人 (米国についてのみ) 中村浩三(NAKAMURA, Kozo)[JP/JP] 最勝寺俊昭(SAISHOJI, Toshiaki)[JP/JP] 横山 隆(YOKOYAMA, Takashi)[JP/JP] 松隈 伸(MATSUKUMA, Shin)[JP/JP] 石川文敬(ISHIKAWA, Fumitaka)[JP/JP] 〒254-0014 神奈川県平塚市四之宮2612番地 コマツ電子金属株式会社内 Kanagawa, (JP)			

(54)Title: SILICON SINGLE CRYSTAL AND PRODUCTION METHOD FOR SILICON SINGLE CRYSTAL WAFER

(54)発明の名称 シリコン単結晶及びシリコン単結晶ウェハの製造方法

(57) Abstract

A method for producing a silicon single crystal by a Czochralski method in order to provide a method capable of affording a wide denuded zone stably to a silicon single crystal wafer produced by a Czochralski method, wherein a ratio $G_{\text{outer}}/G_{\text{center}}$ of an average value G of an in-crystal temperature gradient in a pulling axis direction within a temperature range, a silicon melting point to 1350 °C, at a crystal outer surface to that at a crystal center is set to 1.10 to 1.50. A method of producing a device wafer suitable for an efficient production, wherein a ratio between an OSF ring inner diameter and a crystal diameter, $G1 \times G2$, and $G1$ edge/ $G1$ center are controlled to implement relations, $(1.15 \leq (G1 \text{ edge}/G1 \text{ center}) \leq 1.25)$ and $(0.5 < (\text{OSF ring inner diameter}/\text{crystal diameter}) < 1.06 \times (G1 \times G2)^{-0.2})$, to thereby obtain a silicon single crystal having an oxide film withstand voltage at C mode ratio of at least 60% and being free from dislocation.



- A ... RING OSF ZONE
B ... DENUDED ZONE
C ... DISLOCATION CLUSTER ZONE
D ... VOID DEFECT ZONE
E ... PULLING VELOCITY
F ... CRYSTAL STRAIGHT BODY LENGTH

チョコラルスキー法により生産されるシリコン単結晶ウェーハに対して広い無欠陥領域を安定して付与することができる方法を提供するために、チョコラルスキー法によりシリコン単結晶インゴットを製造する方法において、シリコン融点から1350℃までの温度範囲における引き上げ軸方向の結晶内温度勾配の平均値Gの結晶の外側面と結晶中心での値の比である G_{outer}/G_{center} を1.10から1.50の間とする。また、効率的な製造に適したデバイス用ウェーハ製造する方法を提供するために、OSFリング内径の結晶径に対する比率と、 $G1 \times G2$ 、及び $G1_{edge}/G1_{center}$ を制御することにより、「 $1.15 \leq (G1_{edge}/G1_{center}) \leq 1.25$ 」かつ「 $0.5 < (OSFリング内径/結晶径) < 1.06 \times (G1 \times G2)^{-0.2}$ 」に設定し、酸化膜耐圧がCモード率60%以上で転位の存在しないシリコン単結晶を得る。

PCTに基づいて公開される国際出願のパンフレット第一頁に掲載されたPCT加盟国を同定するために使用されるコード(参考情報)

AE	アラブ首長国連邦	DM	ドミニカ	KZ	カザフスタン	RU	ロシア
AL	アルバニア	EE	エストニア	LC	セントルシア	SD	スーダン
AM	アルメニア	ES	スペイン	LI	リヒテンシュタイン	SE	スウェーデン
AT	オーストリア	FI	フィンランド	LK	スリ・ランカ	SG	シンガポール
AU	オーストラリア	FR	フランス	LR	リベリア	SI	スロヴェニア
AZ	アゼルバイジャン	GA	ガボン	LS	レソト	SK	スロヴァキア
BA	ボスニア・ヘルツェゴビナ	GB	英国	LT	リトアニア	SL	シエラ・レオネ
BB	バルバドス	GD	グレナダ	LU	ルクセンブルグ	SN	セネガル
BE	ベルギー	GE	グルジア	LV	ラトヴィア	SZ	スワジランド
BF	ブルキナ・ファソ	GH	ガーナ	MA	モロッコ	TD	チャード
BG	ブルガリア	GM	ガンビア	MC	モナコ	TG	トーゴ
BJ	ベナン	GN	ギニア	MD	モルドヴァ	TJ	タジキスタン
BR	ブラジル	GW	ギニア・ビサウ	MG	マダガスカル	TZ	タンザニア
BY	ベラルーシ	GR	ギリシャ	MK	マケドニア旧ユーゴスラヴィア共和国	TM	トルクメニスタン
CA	カナダ	HR	クロアチア			TR	トルコ
CF	中央アフリカ	HU	ハンガリー	ML	マリ	TT	トリニダード・トバゴ
CG	コンゴ	ID	インドネシア	MN	モンゴル	UA	ウクライナ
CH	スイス	IE	アイルランド	MR	モーリタニア	UG	ウガンダ
CI	コートジボワール	IL	イスラエル	MW	マラウイ	US	米国
CM	カメルーン	IN	インド	MX	メキシコ	UZ	ウズベキスタン
CN	中国	IS	アイスランド	NE	ニジェール	VN	ヴェトナム
CR	コスタ・リカ	IT	イタリア	NL	オランダ	YU	ユーゴスラビア
CU	キューバ	JP	日本	NO	ノルウェー	ZA	南アフリカ共和国
CY	キプロス	KE	ケニア	NZ	ニュージーランド	ZW	ジンバブエ
CZ	チェッコ	KG	キルギスタン				
DE	ドイツ	KP	北朝鮮	PL	ポーランド		
DK	デンマーク	KR	韓国	PT	ポルトガル		
				RO	ルーマニア		

明細書

シリコン単結晶及びシリコン単結晶ウェハの製造方法

技術分野

本発明は、チョクラルスキー法によりシリコン単結晶を製造する方法、特に成長欠陥が実用に耐えうるまで十分に低減され、最終的なＩＣ製造までをも含めた半導体製造工程の経済的効果を十分に高めることができるシリコン単結晶製造方法に関する。

また本発明は、チョクラルスキー法（ＣＺ法）により所定の条件下で引き上げられるシリコンインゴット及びそこから切り出されるシリコン単結晶ウェハ、並びにそれらの製造方法に関する。

背景技術

チョクラルスキー法（以下、ＣＺ法）により得られるＣＺシリコン単結晶の成長中に発生する結晶欠陥は、ＭＯＳデバイスのゲート酸化膜の信頼性やＰＮジャンクションリーク特性などに悪影響を及ぼすので、それをできる限り低減することが必要となる。

ＣＺシリコン単結晶に含まれる成長欠陥として代表的なものには、転位クラスタ、八面体状のボイド欠陥、熱酸化処理をした際に発生するリング状の酸化誘起積層欠陥部（以下ＯＳＦリングと略す）があり、ボイド欠陥はＭＯＳデバイスのゲート酸化膜の信頼性を劣化させ、転位クラスタは半導体素子の特性を劣化させるというのは周知の事実である。

また、これらの欠陥はＣＺシリコン単結晶中に無秩序に発生するのではなく、ＯＳＦリングを挟んでその内側にはボイド欠陥、その外側には転位クラスタが発生するということも知られている。

即ち、ＣＺ法により得られるシリコンインゴット及びそこから切り出されるシリコンウェハは、成長時導入欠陥（Ｇｒｏｗｎ－ｉｎ欠陥）の分布によって、

2

(I) ボイド欠陥存在領域、(II) OSFリング発生領域、(III) 完全結晶（無欠陥）の領域、及び(IV) 転位クラスタ存在領域の4つの領域に分けることができる。

ここで、OSFリングの位置には、引き上げ軸方向の結晶内温度勾配（これは、結晶の半径方向の位置によって変化する）が影響することが知られている（E. Dornberger, W. v. Ammon, J. Electrochem. Soc. Vol. 143 (1996) p 1648）。そして、上記の「(II) OSFリング発生領域」はデバイス用ウェーハとしては不適で、「(IV) 転位クラスタ存在領域」についても、転位クラスタがPN接合リーク特性などに悪影響を及ぼすこととなるので、デバイス用ウェーハには適さないとされている。

このようなことから、これまでは「(I) ボイド欠陥存在領域」の結晶が主に使用されているが、最近では「(III) 完全結晶（無欠陥）の領域」が全面を占める結晶の作製が注目されている（日本結晶成長学会誌Vol. 25 No. 5 (1998) p 207）。

完全結晶の作製に関し、宝来らは、OSFリングの外側の領域には転位クラスタを含まない無欠陥の領域が生じることがあるということを示し、更には、結晶の成長速度と引き上げ軸方向の結晶内温度勾配との関係を特殊な範囲の比となるように調整することによって成長欠陥を含まない無欠陥単結晶が得られたということを報告している（1993年（平成5年）、第54回応用物理学会学術講演会（1993年9月27日から30日）、第54回応用物理学会学術講演会講演予稿集No. 1、p 303、29a-HA-7 : 特開平8-330316号公報 : M. Hourai, H. Nishikawa, T. Tanakaら、Semiconductor Silicon, 1998, P 453）。

ところが、宝来らの方法は、結晶の成長速度と引き上げ軸方向の結晶内温度勾配との関係を特殊な極狭い範囲の比となるように調整するものであって、その制御が困難であった。そして、この操作制御の困難に起因して、それを行う

3

ためのコストの高騰を招き、成長欠陥低減による歩留まりの向上によって経済効果が高められていた場合でも、半導体製造工程全体としての経済効果は落ちてしまうという問題も生じる。また、無欠陥領域の発生挙動が明らかではないため、無欠陥領域を十分に含む製品が一定の割合をもって確実に得られるというわけではなく、不安定であった。

更に言えば、「(III) 完全結晶(無欠陥)の領域」のみからなる結晶を効率よく育成することができれば、ボイド欠陥の存在によるゲート酸化膜耐圧特性の劣化の問題は解消することとなるが、しかし、完全結晶の作製にはかなりの精密な引上制御が必要になるので、従来に比べて生産効率の低下を招くという問題もある。

発明の開示

本発明の目的は、CZ法により生産されるシリコン単結晶ウェーハに対して広い無欠陥領域を安定して付与することができる方法を提供することにある。

本発明の他の目的は、効率的な製造に適したデバイス用ウェーハ製造する方法を提供することにある。

以上のような目的を達成するために、本発明においては、チョクラルスキー法によりシリコン単結晶インゴットを製造する方法において、シリコン単結晶インゴットの引上げ時のパラメータを調整して、当該シリコン単結晶インゴット中の所定の位置にOSFリングが出現するように「完全結晶部分を含むシリコン単結晶インゴット」の引き上げを行うことによって、「当該シリコン単結晶インゴットの完全結晶部分」及び／または「当該シリコン単結晶インゴットにおいてウェーハとして使用できる部分」の生産効率を向上させることを特徴とする。

即ち、本発明においては、まず第1に、シリコン単結晶インゴット中において完全結晶部分の含有率が低い場合でも、引上げ速度が高められていることにより、単位時間あたりに換算した場合には、かえって完全結晶部分の製造効率が向上しているというような状態とすることができる。また本発明においては、

4

第2に、OSFリングの出現位置を適切に調整することにより、結晶欠陥は存在するものの、ウェハとしての使用に耐える部分（ウェハとして使用することができる部分）の含有率が高いシリコン単結晶インゴットを作り出すことができるため、当該ウェハとしての使用に耐える部分（ウェハとして使用することができる部分）の生産効率を向上させることができる。

本発明は、ある一面においては、種々の成長条件による無欠陥領域の発生挙動を詳細に調べることにより、CZ法により生産されるシリコン単結晶インゴットにおいて、広い無欠陥領域を確実にかつ低コストで作製する方法を提供し、更には、成長欠陥の少ない高品質なシリコンウェーハを低コストにて安定して供給し得る方法を提供するものである。

本発明はまた、別のある一面においては、宝来らにより示された「OSFリングの外側の領域には転位クラスタを含まない無欠陥の領域が生じることがある」という事実を前提として、OSFリングの外側のこの無欠陥領域を拡大することにより、高品質なシリコンウェーハを得ることができることを予想し、それに基づいてなされたものである。しかしながら本発明は、無欠陥領域の発生挙動が明らかではなく、同時に不安定であったことに起因して、それまで不可能とされていた「OSFリングの外側の無欠陥領域の拡大、及び、広い無欠陥領域を含むシリコンウェーハの低コスト安定供給」ということを可能にしたものである。

具体的には、本発明は、以下のようなシリコン単結晶インゴットの製造方法及びシリコン単結晶ウェーハを提供する。

(A1) チョクラルスキー法によりシリコン単結晶インゴットを製造する方法であって、シリコン融点から1350℃までの温度範囲における引き上げ軸方向の結晶内温度勾配の平均値 G の結晶の外側面と結晶中心での値の比である G_{outer}/G_{center} を1.10から1.50の間とすることを特徴とするシリコン単結晶インゴットの製造方法。なお、シリコン融点については定説はなく、1412℃ないしは1420℃であると言われているが、シリコン融点は何℃であるかということは本発明において問題ではなく、定説と

なるシリコン融点が何℃であろうと、「シリコン融点から1350℃までの温度範囲」であれば、本発明の範囲に含まれる。

(A2) チョクラルスキー法シリコン単結晶製造装置に備え付けられている熱遮蔽体とシリコン融液との間の距離を調整しながらシリコン単結晶インゴットの製造を行うことを特徴とする上記記載のシリコン単結晶インゴットの製造方法。

(A3) シリコン単結晶インゴットの製造の際に、シリコン単結晶インゴットの引き上げ速度を変化させることを特徴とする上記記載のシリコン単結晶インゴットの製造方法。

(A4) 上記記載のシリコン単結晶インゴットから得られる、内径が全体の70%以下のOSFリングが存在し、かつ、その周囲に全体の50%以上の表面積(片面)を占める無欠陥領域が存在するシリコン単結晶ウェーハ。

(A5) 上記記載のシリコン単結晶インゴットから得られる、内径が全体の50%以下のOSFリングが存在し、かつ、その周囲に全体の75%以上の表面積(片面)を占める無欠陥領域が存在するシリコン単結晶ウェーハ。

ところで、本発明者らは更に、別の態様として、先に示した目的を達成するために、完全結晶よりも引上制御が容易な上記I、II、およびIIIの領域が混在した結晶の有効性を追求し、かかる混在型の結晶において酸化膜耐圧の良品率が良好で、転位クラスタの発生していないものが作製できる条件を求め、本発明を完成するに至った。

これまでには、引上げ条件と上記I領域、III領域の存在割合および酸化膜耐圧良品率との関係は明確に示されておらず(面内の欠陥領域分布でIII領域が広がれば耐圧特性の良好な部分が広がることになるが、それにつれて狭くなるI領域内での耐圧不良率が増える傾向が見られるので、ウェーハ全面での良品率を考えると、単純にIII領域を増やせば高酸化膜耐圧の強化になるとは限らない)、高酸化膜耐圧性が良好な結晶を作製するための引上条件を決めることが困難であったが、完全結晶よりも引上制御が容易な上記I、II、およびIIIの領域が混在した結晶をあえて作製することも有効な解決方法の一つと考え、綿密な

6

条件検討の結果、本発明を完成するに至ったのである。

この過程において、本発明者らは、CZ法により作製されるシリコンインゴットから切り出されたシリコンウェハにおいては、OSFリングの内径を拡大することにより、その内側に存在するボイド欠陥領域におけるボイド欠陥の密度が低下し、非アニール用のシリコンウェーハ（アニール処理（例えば、特開昭61-193456号公報）を施さないシリコンウェーハ）に適すようになることを見出して、本発明を完成した。

具体的には、本発明は以下のようなものを提供する。

(B1) CZ法により、下記の①及び②を満たす条件で引き上げられたシリコンインゴット。

①「 $1.15 \leq (G1\text{ edge}/G1\text{ center}) \leq 1.25$ 」

②「 $0.5 < (OSF\text{リング内径}/\text{結晶径}) < 1.06 \times (G1\text{ center} \times G2\text{ center})^{-0.2}$ 」

(B2) 上記(1)記載のシリコンインゴットから切り出され、OSFリングの内径がウェハの内径の1/2以上であることを特徴とするシリコンウェハ。

(B3) CZ法により、下記の①及び②を満たす条件で引き上げることを特徴とするシリコンインゴットの製造方法。

①「 $1.15 \leq (G1\text{ edge}/G1\text{ center}) \leq 1.25$ 」

②「 $0.5 < (OSF\text{リング内径}/\text{結晶径}) < 1.06 \times (G1\text{ center} \times G2\text{ center})^{-0.2}$ 」

(B4) CZ法により作製されるシリコンインゴットから切り出されるシリコンウェハであって、OSFリングの内径がウェハの内径の1/2以上であることを特徴とする非アニール用シリコンウェハ。

(B5) シリコンインゴットが「 $1.15 \leq (G1\text{ edge}/G1\text{ center}) \leq 1.25$ 」となる条件で引き上げられて製造されたことを特徴とする(B4)記載の非アニール用シリコンウェハ。

(B6) CZ法により作製されるシリコンインゴットから切り出されるシリコンウェハにおいて、OSFリングの内径を拡大することにより、その内側に存在するボイド欠陥領域におけるボイド欠陥の密度を低下させる方法。

7

(B7) CZ法により作製されるシリコンインゴットから切り出されるシリコンウェハであって、OSFリング内径の結晶径に対する比率と、 $G1 \times G2$ 、及び $G1\text{ edge}/G1\text{ center}$ を制御することにより、OSFリング内側の領域の酸化膜耐圧を向上させる方法。

[用語の定義等]

「G1」というのは、成長時導入欠陥のパターンが決まる温度領域（固液界面温度～1350℃付近の温度領域）の軸方向温度勾配（℃/mm）を意味し、「G2」というのは、ボイド欠陥形成温度領域（1120℃近傍の温度領域）の軸方向温度勾配（℃/mm）を意味する。

「G1 center」というのは、固液界面温度～1350℃付近の結晶中心での軸方向温度勾配（℃/mm）を意味し、「G1 edge」というのは、固液界面温度～1350℃付近の結晶外周の軸方向温度勾配（℃/mm）を意味する。「G2 center」というのは、1120℃近傍における結晶中心での軸方向温度勾配（℃/mm）を意味する。

「 $1.15 \leq (G1\text{ edge}/G1\text{ center}) \leq 1.25$ 」及び「 $0.5 < (OSF\text{ リング内径}/\text{結晶径}) < 1.06 \times (G1\text{ center} \times G2\text{ center})^{-0.2}$ 」という条件につき、ここに出現する1.15、1.25、0.5、1.06、及び-0.2という値は、後述するように、実験から得られたプロットに基づいて算出あるいは決定されたものであり、現段階で発明者が把握できている最適値というだけのものに過ぎない。従って、上記範囲からわずかに外れているが本発明と同じ作用・効果を有するというようなものは、技術的にみれば等価であるので、本発明の技術的範囲に含まれると解するのが妥当である。

[シリコン単結晶ウェーハ]

以上のような本発明は、結晶欠陥の存在を敢えて容認しつつ、成長欠陥を低減させるための条件を監視するのに要するコストを低減し、半導体製造工程全体として経済効果を高めるということを実現したものである。従って、その結晶欠陥の存在を容認した上でのコスト低減という観点から、本発明により製造されたシリコン単結晶ウェーハには、無欠陥領域とともに、必ずある程度のO

S Fリングが存在することになり、少なくともその割合が上記の範囲にあるのであれば、本発明の範囲に含まれることになる。

なお、本発明に係るシリコン単結晶ウェーハは、本発明に係るシリコン単結晶インゴットから切り出しを行い、常法に従って所定の加工を施すことにより製造することができる。

[シリコン単結晶インゴット製造装置]

図2は、本発明に係るシリコン単結晶インゴット製造装置の要部を示すブロック図である。本発明に係るシリコン単結晶インゴット製造装置は、通常のCZ法シリコン単結晶製造装置と同様に、密閉容器たるチャンバー11内に、シリコン融液12の製造・貯蔵のためのルツボ13（このルツボ13は、通常のCZ法シリコン単結晶製造装置と同様に、黒鉛ルツボ13aの内側に石英ルツボ13bが配設されたものからなる）と、このルツボ13を加熱するためのヒータ14と、このヒータ14に電力を供給する電極15と、ルツボ13を支持するルツボ受け16と、ルツボ13を回転させるベディスタル17と、を備える。チャンバー11内には適宜、断熱材21、メルトレシーブ23、内筒24が備え付けられる。また、この装置には、ヒータ14からシリコンバルク27への熱の輻射を遮蔽するための熱遮蔽体25が備え付けられている。更に、本発明に係るシリコン単結晶インゴット製造装置は、特に図示していないが、この種のCZ法シリコン単結晶製造装置に通常装備される不活性ガスの導入・排气システムを備えている。そして、このようなシステム下であって、熱遮蔽体25は不活性ガスの流通路を調整する働きも兼ね備えている。

本発明に係るシリコン単結晶インゴット製造装置において特徴的なことは、熱遮蔽体25を動かし、当該熱遮蔽体25の先端部分とシリコン融液12の液面からの距離hを調整することによって、本発明遂行のポイントとなるV/G値（ $\text{mm}^2/\text{°C} \cdot \text{min}$ ）やG_{outer}/G_{center}を調整することである。実際に、距離hを調整することによってヒータ14やシリコン融液12の液面からシリコンバルク27への熱の遮蔽量が変化すると同時に、シリコンバルク27表面を流れる不活性ガスの量や速度が微妙に変化するので、これ

によって本発明ではシリコンバルク 27 表面における結晶引上げ軸方向の結晶内温度勾配、ひいてはその中心部分における結晶引上げ軸方向の結晶内温度勾配との比を調整することができるものと考えられている。

なお、この実施の形態において、当該熱遮蔽体 25 の先端部分とシリコン融液 12 の液面からの距離 h の調整は、熱遮蔽体 25 の高さを調整するリフター 25 a と、熱遮蔽体 25 の傾きを調整するアンギュラー 25 b の連動により行うこととしている。しかしながら、距離 h の調整はこの機構に限られるものではない。即ち、本発明が、CZ 法シリコン単結晶製造装置に装備されている熱遮蔽体を利用して V/G 値 ($\text{mm}^2/\text{°C} \cdot \text{min}$) や $G_{\text{outer}}/G_{\text{center}}$ を調整する最初のものである以上、距離 h の調整を行えるものであればいかなる実施態様も本発明の範囲に含まれると解釈されるべきである。

また、本発明においては、距離 h の調整は、例えば総合電熱解析のようなシミュレーション解析による計算結果に基づいて行うようにしてもよく、実測値に基づいたフィードバック制御などによって行うようにしてもよい。

図面の簡単な説明

図 1 は、引き上げ速度による OSF リングの半径方向位置および無欠陥領域の分布範囲を図示した概念図である。

図 2 は、本発明に係るシリコン単結晶インゴット製造装置の要部を示すブロック図である。

図 3 は、表 1～表 6 について、OSF リング内径の結晶径に対する比率と $G_1 \times G_2$ 条件による酸化膜耐圧結果と転位クラスタの存在の有無を示した図である。特に、それぞれ、図 3 (A) は表 B 1、図 3 (B) は表 B 2、図 3 (C) は表 B 3、図 3 (D) は表 B 4、図 3 (E) は表 B 5、図 3 (F) は表 B 6 についてのものである。

図 3 において、○は、GOI で C モード率 60% 以上、かつ転位クラスタのないものを、また、+は、GOI で C モード率 60% 以上で、転位クラスタがあるものを、さらに、×は、GOI で C モード率 60% 以下のものを示す。ま

た、図上の数字は $G1edge/G1center$ を示す。

発明を実施するための最良の形態

種々の成長条件による無欠陥領域の発生挙動を調べた結果、引き上げ速度によるOSFリングの半径方向位置および無欠陥領域の分布範囲は、図1のようであることが解った。つまり、OSFリングは引き上げ速度の低下により収縮する一方で、OSFリングの半径が特定の値より小さくなると無欠陥領域は消滅してしまうのである。従って、一定の無欠陥領域を得るためには、引き上げ速度は大きすぎても小さすぎても不適當で、適切なある所定の範囲内になければならないことになる（図1中、V1からV2の間）。

また、前述のように、OSFリングの位置は、引き上げ軸方向の結晶内温度勾配（これは、結晶の半径方向の位置によって変化する）が影響することが知られているので、半径方向の各位置での引き上げ軸方向の結晶内温度勾配について、最も広い範囲で無欠陥が得られるものを調査をした。この調査にあたって、結晶バルクの引き上げ速度と結晶内温度勾配の間には相関があることから、図1の例のように徐々に引き上げ速度を低下させたときの欠陥の分布を調べることによって実験結果を得た。

ボイド欠陥及び転位クラスタは無攪拌Seccoエッチングにより調査し、OSFリングの位置は780℃で3時間とそれに続く1000℃で16時間の酸化性熱処理後のX線トポグラフにより評価した。また、半径方向の各位置での引き上げ軸方向の結晶内温度勾配は、現在確立されている成長装置内の総合伝熱解析により求めた。なお、実験は直径200mmの結晶を用いて行った。

〔実施例1〕

表A1は、図1で見られるような無欠陥領域がOSFリングの外側から結晶外周にまで広がった状態が維持される最小のOSFリングの外半径を各成長条件毎に示したものである。従って、この表1においては、この半径が小さいほど無欠陥部の占める面積が大きいことを意味することになる。

ここで、表A1から、シリコン融点から1350℃までの温度範囲における

1 1

引き上げ軸方向の結晶内温度勾配の平均値 G の結晶の外側面と結晶中心での値の比 G_{outer}/G_{center} が 1.10 から 1.50 の間にあるときに、最小 OSF リングの外半径が小さい（つまり、無欠陥領域の占める面積が大きい）ということが解り、この範囲が適切な割合の無欠陥領域を得るための好適な成長条件であることが解った。一方、 G_{outer}/G_{center} が 1.10 から 1.50 の間になくときは、ウェーハにおいて無欠陥部の占める面積が $1/2$ 以下となり、無欠陥領域を付与した効果が大きく減殺される。

表 A 1

軸方向温度勾配		G _{outer} / G _{center}	成長速度 (mm/min)	最小 OSF リング半径 (mm)	
結晶中心 θ center (°C/mm)	結晶外周 θ outer (°C/mm)				
2.304	2.350	1.02	0.395	78	本 発 明 の 範 囲
2.320	2.436	1.05	0.402	74	
2.502	2.752	1.10	0.429	45	
2.600	3.250	1.25	0.451	43	
2.411	3.134	1.30	0.418	41	
2.921	4.089	1.40	0.511	42	
2.706	3.843	1.42	0.476	44	
2.750	4.125	1.50	0.489	45	
2.720	4.352	1.60	0.579	75	
3.012	5.422	1.80	0.714	79	

〔実施例 2〕

表 A 1 にて求められた成長条件において、引き上げ速度を一定にして結晶を成長させた場合、成長中における結晶内温度勾配の変化のため、徐々に最適な成長条件からずれていき、無欠陥領域の占める領域が縮小してしまう場合がある（一例として、表 A 2）。

表 A 2

結晶長 (mm)	Si融液と熱 遮蔽体の距 離 (mm)	G center (°C/mm)	G outer (°C/mm)	G outer / G center	引上速度 (mm/min)	最小 OSF リン グ半径 (mm)
0	25	2.827	4.749	1.68	0.451	###
100	25	2.747	4.175	1.52	0.451	###
200	25	2.690	3.954	1.47	0.451	45
300	25	2.661	3.486	1.31	0.451	41
400	25	2.600	3.250	1.25	0.451	43
500	25	2.549	3.161	1.24	0.451	43
600	25	2.506	3.057	1.22	0.451	45
700	25	2.478	2.974	1.20	0.451	52
800	25	2.433	2.871	1.18	0.451	58
900	25	2.401	2.737	1.14	0.451	64
1000	25	2.381	2.667	1.12	0.451	67

※ ###は結晶外周まで無欠陥領域が広がらなかったことを示す

このような場合は、結晶の長さの変化に追従させて引き上げ速度を変化させることにより、一定の無欠陥領域を付与することができるようになる（表 A 3）。

表 A 3

結晶長 (mm)	Si融液と熱 遮蔽体の距 離 (mm)	G center (°C/mm)	G outer (°C/mm)	G outer / G center	引上速度 (mm/min)	最小 OSF リン グ半径 (mm)
0	25	2.827	4.749	1.68	0.460	####
100	25	2.747	4.175	1.52	0.459	43
200	25	2.690	3.954	1.47	0.455	45
300	25	2.661	3.486	1.31	0.453	41
400	25	2.600	3.250	1.25	0.451	43
500	25	2.549	3.161	1.24	0.451	43
600	25	2.506	3.057	1.22	0.448	43
700	25	2.478	2.974	1.20	0.445	45
800	25	2.433	2.871	1.18	0.437	46
900	25	2.401	2.737	1.14	0.432	47
1000	25	2.381	2.667	1.12	0.428	48

※ ####は結晶外周まで無欠陥領域が広がらなかったことを示す

[実施例 3]

この実施例は、実施例 2 と同様に成長中における結晶内温度勾配の変化のために徐々に最適な成長条件からずれていってしまったときに、シリコン融液と熱遮蔽体との間の距離の変化を与えることにより、一定の無欠陥領域を付与することができるということを示すためのものである（表 A 4）。

表 A 4

結晶長 (mm)	Si融液と熱 遮蔽体の距 離 (mm)	G center (°C/mm)	G outer (°C/mm)	G outer / G center	引上速度 (mm/min)	最小 OSF リン グ半径 (mm)
0	25	2.827	4.749	1.68	0.451	###
100	25	2.747	4.175	1.52	0.451	###
200	25	2.690	3.954	1.47	0.451	45
300	25	2.661	3.486	1.31	0.451	41
400	25	2.600	3.250	1.25	0.451	43
500	25	2.549	3.161	1.24	0.451	43
600	23	2.540	3.150	1.24	0.451	42
700	21	2.531	3.063	1.21	0.451	43
800	20	2.526	3.031	1.20	0.451	43
900	18	2.518	2.996	1.19	0.451	45
1000	16	2.511	2.913	1.16	0.451	46

※ ###は結晶外周まで無欠陥領域が広がらなかったことを示す

表 A 4 に示すように、引き上げ速度一定の条件下で、シリコン融液と熱遮蔽体との間の距離を、結晶の長さの変化に追従させて変化させることにより、一定の無欠陥領域を付与することができた。ここで、この実施例 3 によって、シリコン融液と熱遮蔽体との間の距離を変化させれば、引き上げ速度を変化させた場合（実施例 2）と同じ効果が得られることがわかる。そしてこのことから、一定の無欠陥領域を得るという観点からすれば、シリコン単結晶インゴット製造装置においてシリコン融液と熱遮蔽体との間の距離を変化させることは、引

1 6

き上げ速度を変化させることと等価の効果が得られるということが明らかになった。

〔実施例 4〕

温度環境が異なるさまざまなホットゾーン条件において、引上速度を変化させ、上記 I ～ IV 領域の存在割合が変化しているような結晶を作製し、各結晶数カ所から切り出したウェーハを用いて、酸化膜耐圧測定、OSF リング内径（径内は I 領域）の計測、及び転位クラスタ存在有無の確認を行うことにより、酸化膜耐圧の良品率が良好で、転位クラスタの発生していない結晶を作製することができる条件を求めた。酸化膜耐圧測定は酸化膜厚 25 nm、電極面積 10 mm²の条件で行い、OSF 内径は、ウェーハ熱処理後の X 線トポグラフ撮影から求め、転位クラスタ存在の有無はセコエッチング後の光学顕微鏡観察により判定した。

結果を別紙表 B 1 ～ 表 B 6 に示す。表は、各ウェーハ切り出し位置での引上条件；引上速度 V、結 晶中心軸方向温度勾配 G 1、G 2、G 1 edge/G 1 center、G 1 × G 2、OSF リング内径の結晶径に対する比率、酸化膜耐圧測定結果、および転位クラスタ存在の有無を、G 1 edge/G 1 center 条件ごとに分けて列挙したものである。これらの表において、酸化膜耐圧が C モード率で 60 % 以上であれば、通常使われている結晶より良好といえる。

表 B 1

表 引上条件、酸化膜耐圧結果および転位クラスタの有無

	G1 °C/mm	G2 °C/mm	V mm/min	G1e /G1c	r(OSF) /r(Crystal)	G1*G2 °C ² /mm ²	GOI %	転位クラスタ 有無	請求範囲 該当域
表1	2.0	1.5	0.33	1.1	0.977	3	25.23	なし	
	2.0	1.5	0.32	1.1	0.902	3	35.40	なし	
	2.0	1.5	0.31	1.1	0.693	3	58.40	なし	
	2.0	1.5	0.3	1.1	0.580	3	59.40	なし	
	2.0	1.5	0.26	1.1	0.422	3	72.20	あり	
	2.5	2.4	0.41	1.1	0.977	6	11.72	なし	
	2.5	2.4	0.4	1.1	0.902	6	25.54	なし	
	2.5	2.4	0.39	1.1	0.693	6	57.97	なし	
	2.5	2.4	0.38	1.1	0.580	6	58.30	なし	
	2.5	2.4	0.35	1.1	0.422	6	72.20	あり	
	3.2	2.5	0.52	1.1	0.902	8	23.19	なし	
	3.2	2.5	0.5	1.1	0.693	8	57.64	なし	
	3.2	2.5	0.48	1.1	0.580	8	58.30	なし	
	3.2	2.5	0.45	1.1	0.422	8	72.20	あり	
	3.3	3.0	0.54	1.1	0.977	10	6.16	なし	
	3.3	3.0	0.52	1.1	0.811	10	39.53	なし	
	3.3	3.0	0.5	1.1	0.580	10	47.60	なし	
	3.3	3.0	0.47	1.1	0.422	10	70.20	あり	
	3.75	3.2	0.62	1.1	0.977	12	5.01	なし	
	3.75	3.2	0.58	1.1	0.693	12	57.47	なし	
	3.75	3.2	0.56	1.1	0.580	12	58.30	なし	
	3.75	3.2	0.54	1.1	0.422	12	70.20	あり	

表 B 2

表 引上条件、酸化膜耐圧結果および転位クラスタの有無

	G1 °C/mm	G2 °C/mm	V mm/min	G1e /G1c	r(OSF) /r(Crystal)	G1*G2 °C ² /mm ²	GOI %	転位クラスタ 有無	請求範囲 該当域
表2	1.5	1.33	0.25	1.15	0.811	2	60.12	なし	○
	1.5	1.33	0.24	1.15	0.788	2	60.92	なし	○
	1.5	1.33	0.23	1.15	0.606	2	78.79	なし	○
	1.5	1.33	0.22	1.15	0.520	2	82.30	なし	○
	1.5	1.33	0.21	1.15	0.470	2	87.63	あり	
	2.0	2.0	0.34	1.15	0.962	4	27.53	なし	
	2.0	2.0	0.33	1.15	0.782	4	61.00	なし	○
	2.0	2.0	0.32	1.15	0.708	4	62.47	なし	○
	2.0	2.0	0.31	1.15	0.606	4	75.51	なし	○
	2.0	2.0	0.3	1.15	0.520	4	82.20	なし	○
	2.0	2.0	0.28	1.15	0.470	4	84.60	あり	
	2.5	2.4	0.41	1.15	0.854	6	36.77	なし	
	2.5	2.4	0.4	1.15	0.708	6	60.22	なし	○
	2.5	2.4	0.39	1.15	0.606	6	74.70	なし	○
	2.5	2.4	0.38	1.15	0.520	6	82.20	なし	○
	2.5	2.4	0.37	1.15	0.470	6	83.50	あり	
	2.5	2.4	0.36	1.15	0.402	6	86.40	あり	
	3.2	2.5	0.53	1.15	0.911	8	23.17	なし	
	3.2	2.5	0.51	1.15	0.708	8	60.22	なし	○
	3.2	2.5	0.5	1.15	0.606	8	74.44	なし	○
	3.2	2.5	0.48	1.15	0.520	8	81.30	なし	○
	3.2	2.5	0.46	1.15	0.470	8	87.30	あり	
	3.2	2.5	0.44	1.15	0.402	8	89.90	あり	
	3.3	3.0	0.55	1.15	0.911	10	21.03	なし	
	3.3	3.0	0.52	1.15	0.606	10	74.35	なし	○
	3.75	3.2	0.62	1.15	0.854	12	32.52	なし	
	3.75	3.2	0.6	1.15	0.788	12	44.45	なし	
	3.75	3.2	0.58	1.15	0.606	12	74.35	なし	○
	3.75	3.2	0.56	1.15	0.520	12	76.60	なし	○
	3.75	3.2	0.54	1.15	0.470	12	79.90	あり	
	3.75	3.2	0.52	1.15	0.402	12	92.30	あり	
	4.0	3.5	0.68	1.15	0.962	14	8.86	なし	
	4.0	3.5	0.65	1.15	0.854	14	31.11	なし	
	4.0	3.5	0.62	1.15	0.606	14	74.30	なし	○

表B3

表 引上条件、酸化膜耐圧結果および転位クラスタの有無

	G1 °C/mm	G2 °C/mm	V mm/min	G1e /G1c	r(OSF) /r(Crystal)	G1*G2 °C ² /mm ²	GOI %	転位クラスタ 有無	請求範囲 該当域
表3	1.5	1.33	0.25	1.2	0.828	2	61.65	なし	○
	1.5	1.33	0.24	1.2	0.716	2	71.84	なし	○
	2.0	2.0	0.34	1.2	0.874	4	43.60	なし	
	2.0	2.0	0.33	1.2	0.828	4	60.20	なし	○
	2.0	2.0	0.32	1.2	0.716	4	63.66	なし	○
	2.0	2.0	0.31	1.2	0.644	4	71.82	なし	○
	3.0	2.0	0.5	1.2	0.828	6	43.30	なし	
	3.0	2.0	0.48	1.2	0.716	6	60.48	なし	○
	3.0	2.0	0.47	1.2	0.644	6	69.96	なし	○
	3.0	2.0	0.45	1.2	0.521	6	72.45	なし	○
	3.0	2.0	0.43	1.2	0.481	6	78.80	あり	
	3.2	2.5	0.57	1.2	0.989	8	15.25	なし	
	3.2	2.5	0.55	1.2	0.915	8	25.76	なし	
	3.2	2.5	0.53	1.2	0.828	8	40.24	なし	
	3.2	2.5	0.51	1.2	0.644	8	69.20	なし	○
	3.3	3.0	0.58	1.2	0.953	10	15.11	なし	
	3.3	3.0	0.56	1.2	0.874	10	30.58	なし	
	3.3	3.0	0.54	1.2	0.776	10	48.09	なし	
	3.3	3.0	0.52	1.2	0.644	10	68.86	なし	○
	3.3	3.0	0.5	1.2	0.521	10	70.30	なし	○
	3.3	3.0	0.48	1.2	0.481	10	76.90	あり	
	3.3	3.0	0.46	1.2	0.437	10	82.43	あり	
	3.75	3.2	0.65	1.2	0.915	12	21.13	なし	
	3.75	3.2	0.63	1.2	0.828	12	37.41	なし	
	3.75	3.2	0.61	1.2	0.776	12	47.37	なし	
	3.75	3.2	0.59	1.2	0.644	12	68.69	なし	○
	3.75	3.2	0.57	1.2	0.521	12	70.10	なし	○
	3.75	3.2	0.57	1.2	0.481	12	75.80	あり	
	3.75	3.2	0.57	1.2	0.437	12	81.34	あり	
	4.0	3.5	0.7	1.2	0.953	14	11.43	なし	
	4.0	3.5	0.68	1.2	0.874	14	28.19	なし	
	4.0	3.5	0.66	1.2	0.776	14	46.93	なし	
	4.0	3.5	0.64	1.2	0.716	14	57.60	なし	

表 B 4

表 引上条件、酸化膜耐圧結果および転位クラスタの有無

	G1 °C/mm	G2 °C/mm	V mm/min	G1e /G1c	r(OSF) /r(Crystal)	G1*G2 °C ² /mm ²	GOI %	転位クラスタ 有無	請求範囲 該当域
表4	1.5	1.33	0.26	1.25	0.850	2	63.55	なし	○
	1.5	1.33	0.25	1.25	0.768	2	70.34	なし	○
	1.5	1.33	0.24	1.25	0.691	2	75.62	なし	○
	1.5	1.33	0.23	1.25	0.611	2	79.90	なし	○
	1.5	1.33	0.22	1.25	0.522	2	86.80	なし	○
	1.5	1.33	0.2	1.25	0.493	2	90.41	あり	
	2.0	2.0	0.37	1.25	0.977	4	53.68	なし	
	2.0	2.0	0.35	1.25	0.885	4	44.96	なし	
	2.0	2.0	0.34	1.25	0.811	4	66.62	なし	○
	2.0	2.0	0.33	1.25	0.720	4	64.45	なし	○
	3.0	2.0	0.55	1.25	0.949	6	27.57	なし	
	3.0	2.0	0.53	1.25	0.885	6	37.15	なし	
	3.0	2.0	0.51	1.25	0.811	6	48.16	なし	
	3.0	2.0	0.49	1.25	0.720	6	60.58	なし	○
	3.0	2.0	0.47	1.25	0.691	6	68.20	なし	○
	3.0	2.0	0.45	1.25	0.611	6	73.61	なし	○
	3.0	2.0	0.43	1.25	0.522	6	79.91	なし	○
	3.0	2.0	0.42	1.25	0.493	6	84.30	あり	
	3.0	2.0	0.4	1.25	0.421	6	88.89	あり	
	3.2	2.5	0.59	1.25	0.977	8	18.08	なし	
	3.2	2.5	0.57	1.25	0.918	8	27.29	なし	
	3.2	2.5	0.55	1.25	0.850	8	38.69	なし	
	3.2	2.5	0.53	1.25	0.768	8	51.89	なし	
	3.2	2.5	0.52	1.25	0.720	8	62.31	なし	○
	3.2	2.5	0.48	1.25	0.691	8	69.25	なし	○
	3.2	2.5	0.47	1.25	0.611	8	74.56	なし	○
	3.2	2.5	0.45	1.25	0.522	8	84.36	なし	○
	3.2	2.5	0.43	1.25	0.493	8	89.72	あり	
	3.2	2.5	0.41	1.25	0.421	8	91.10	あり	
	3.3	3.0	0.6	1.25	0.949	10	18.14	なし	
	3.3	3.0	0.58	1.25	0.885	10	29.73	なし	
	3.3	3.0	0.56	1.25	0.811	10	42.89	なし	
	3.3	3.0	0.55	1.25	0.768	10	50.38	なし	
	3.75	3.2	0.69	1.25	0.977	12	11.16	なし	
	3.75	3.2	0.67	1.25	0.918	12	21.79	なし	
	3.75	3.2	0.65	1.25	0.850	12	34.71	なし	
	3.75	3.2	0.62	1.25	0.720	12	56.94	なし	
	3.75	3.2	0.6	1.25	0.611	12	61.11	なし	○
	3.75	3.2	0.58	1.25	0.522	12	68.93	なし	○
	3.75	3.2	0.56	1.25	0.493	12	75.42	あり	
	3.75	3.2	0.54	1.25	0.421	12	86.94	あり	

表 B 5

表 引上条件、酸化膜耐圧結果および転位クラスタの有無

	G1 °C/mm	G2 °C/mm	V mm/min	G1e /G1c	r(OSF) /r(Crystal)	G1*G2 °C ² /mm ²	GOI %	転位クラスタ 有無	請求範囲 該当域
表5	1.5	1.33	0.29	1.3	0.993	2	56.95	なし	
	1.5	1.33	0.27	1.3	0.864	2	65.04	なし	
	1.5	1.33	0.26	1.3	0.800	2	69.73	なし	
	2.0	2.0	0.38	1.3	0.969	4	38.26	なし	
	2.0	2.0	0.36	1.3	0.864	4	50.25	なし	
	2.0	2.0	0.35	1.3	0.833	4	54.03	なし	
	3.0	2.0	0.58	1.3	0.993	6	26.29	なし	
	3.0	2.0	0.56	1.3	0.945	6	31.17	なし	
	3.0	2.0	0.54	1.3	0.864	6	42.58	なし	
	3.0	2.0	0.51	1.3	0.763	6	56.39	なし	
	3.0	2.0	0.49	1.3	0.691	6	58.10	なし	
	3.0	2.0	0.47	1.3	0.623	6	59.70	なし	
	3.0	2.0	0.46	1.3	0.555	6	69.60	あり	
	3.2	2.5	0.62	1.3	0.993	8	19.40	なし	
	3.2	2.5	0.6	1.3	0.945	8	25.16	なし	
	3.2	2.5	0.58	1.3	0.893	8	32.98	なし	
	3.2	2.5	0.56	1.3	0.833	8	43.08	なし	
	3.2	2.5	0.55	1.3	0.800	8	47.72	なし	
	3.2	2.5	0.54	1.3	0.763	8	57.60	なし	
	3.2	2.5	0.51	1.3	0.691	8	59.72	なし	
	3.2	2.5	0.49	1.3	0.555	8	65.40	あり	
	3.2	2.5	0.48	1.3	0.503	8	70.01	あり	
	3.3	3.0	0.64	1.3	0.993	10	14.76	なし	
	3.3	3.0	0.62	1.3	0.945	10	21.17	なし	
	3.3	3.0	0.6	1.3	0.893	10	29.69	なし	
	3.3	3.0	0.58	1.3	0.833	10	40.55	なし	
	3.3	3.0	0.56	1.3	0.763	10	51.73	なし	
	3.3	3.0	0.54	1.3	0.691	10	57.70	なし	
	3.3	3.0	0.52	1.3	0.623	10	59.32	なし	
	3.3	3.0	0.5	1.3	0.503	10	71.14	あり	
	3.75	3.2	0.73	1.3	0.993	12	11.50	なし	
	3.75	3.2	0.71	1.3	0.945	12	18.42	なし	
	3.75	3.2	0.69	1.3	0.920	12	22.86	なし	
	3.75	3.2	0.67	1.3	0.864	12	33.16	なし	
	3.75	3.2	0.64	1.3	0.763	12	50.63	なし	
	3.75	3.2	0.62	1.3	0.691	12	55.46	なし	
	3.75	3.2	0.6	1.3	0.623	12	59.65	なし	
	3.75	3.2	0.58	1.3	0.555	12	69.87	あり	
	3.75	3.2	0.56	1.3	0.503	12	78.10	あり	

表 B 6

表 引上条件、酸化膜耐圧結果および転位クラスタの有無

	G1 °C/mm	G2 °C/mm	V mm/min	G1e /G1c	r(OSF) /r(Crystal)	G1*G2 °C ² /mm ²	GOI %	転位クラスタ 有無	請求範囲 該当域
表6	1.5	1.3	0.31	1.4	0.977	2	60.12	なし	
	1.5	1.3	0.28	1.4	0.859	2	69.33	なし	
	2.0	2.0	0.41	1.4	0.977	4	40.99	なし	
	2.0	2.0	0.39	1.4	0.902	4	50.14	なし	
	2.0	2.0	0.37	1.4	0.836	4	57.46	なし	
	2.0	2.0	0.35	1.4	0.783	4	59.30	なし	
	2.0	2.0	0.33	1.4	0.721	4	67.60	なし	
	2.0	2.0	0.31	1.4	0.624	4	72.61	あり	
	2.0	2.0	0.29	1.4	0.562	4	80.80	あり	
	3.0	2.0	0.62	1.4	0.977	6	30.10	なし	
	3.0	2.0	0.6	1.4	0.941	6	34.76	なし	
	3.0	2.0	0.58	1.4	0.902	6	41.10	なし	
	3.0	2.0	0.56	1.4	0.859	6	46.54	なし	
	3.0	2.0	0.55	1.4	0.811	6	52.78	なし	
	3.0	2.0	0.54	1.4	0.700	6	59.23	なし	
	3.0	2.0	0.53	1.4	0.600	6	69.78	あり	
	3.0	2.0	0.52	1.4	0.520	6	72.30	あり	
	3.2	2.5	0.67	1.4	0.994	8	21.84	なし	
	3.2	2.5	0.65	1.4	0.959	8	25.37	なし	
	3.2	2.5	0.63	1.4	0.922	8	31.68	なし	
	3.2	2.5	0.61	1.4	0.881	8	37.74	なし	
	3.2	2.5	0.59	1.4	0.836	8	45.40	なし	
	3.3	3.0	0.69	1.4	0.994	10	16.80	なし	
	3.3	3.0	0.67	1.4	0.959	10	20.79	なし	
	3.3	3.0	0.65	1.4	0.922	10	27.59	なし	
	3.3	3.0	0.63	1.4	0.881	10	34.18	なし	
	3.3	3.0	0.6	1.4	0.811	10	45.89	なし	
	3.3	3.0	0.58	1.4	0.723	10	49.32	なし	
	3.3	3.0	0.56	1.4	0.700	10	58.60	なし	
	3.3	3.0	0.54	1.4	0.600	10	65.70	あり	
	3.3	3.0	0.51	1.4	0.470	10	71.45	あり	
	3.75	3.2	0.78	1.4	0.994	12	13.17	なし	
	3.75	3.2	0.75	1.4	0.941	12	20.97	なし	
	3.75	3.2	0.72	1.4	0.881	12	31.69	なし	
	3.75	3.2	0.7	1.4	0.859	12	36.01	なし	
	3.75	3.2	0.68	1.4	0.811	12	44.05	なし	
	3.75	3.2	0.66	1.4	0.723	12	50.28	あり	
	3.75	3.2	0.64	1.4	0.520	12	66.67	あり	
	3.75	3.2	0.62	1.4	0.470	12	72.58	あり	

2 3

図3 (A) ~ 図3 (F) は、表B 1 ~ 表B 6 のそれぞれについて、OSFリング内径の結晶径に対する比率とG 1 × G 2 条件による酸化膜耐圧結果と転位クラスタの存在の有無を示したものである。酸化膜耐圧がCモード率60%以上で転位の存在しない結晶を得るためには、OSFリング内径の結晶径に対する比率と、G 1 × G 2、及びG 1 edge / G 1 centerを制御すればよいということがわかり、その条件範囲は、「 $1.15 \leq (G 1 \text{ edge} / G 1 \text{ center}) \leq 1.25$ 」かつ「 $0.5 < (OSF \text{ リング内径} / \text{結晶径}) < 1.06 \times (G 1 \times G 2)^{-0.2}$ 」(なお、G 1, G 2の単位は「°C/mm」)であろうことが明らかになった。

産業上の利用可能性

本発明に係る方法もしくは装置によれば、一定の無欠陥領域を確実に含むシリコン単結晶ウェーハを安定かつ低コストで製造することができる。このため、半導体製造工程全体のコストを下げ、その経済性を向上させることができる。

また、本発明によれば、(I) ボイド欠陥存在領域、(II) OSFリング発生領域、及び(III) 完全結晶(無欠陥)の領域の混在型の結晶において、酸化膜耐圧の良品率が良好で、転位クラスタの発生していないものが作製でき、効率的な製造に適したデバイス用ウェーハ製造する方法を提供することができる。

2 4

請求の範囲

1. チョクラルスキー法によりシリコン単結晶インゴットを製造する方法であって、

シリコン単結晶インゴットの引上げ時のパラメータを調整して、当該シリコン単結晶インゴット中の所定の位置にOSFリングが出現するように「完全結晶部分を含むシリコン単結晶インゴット」の引き上げを行うことによって、「当該シリコン単結晶インゴットの完全結晶部分」及び／または「当該シリコン単結晶インゴットにおいてウエハとして使用できる部分」の生産効率を向上させる方法。

2. チョクラルスキー法によりシリコン単結晶インゴットを製造する方法であって、

シリコン融点から1350℃までの温度範囲における引き上げ軸方向の結晶内温度勾配の平均値Gの結晶の外側面と結晶中心での値の比である G_{outer}/G_{center} を1.10から1.50の間とすることを特徴とするシリコン単結晶インゴットの製造方法。

3. チョクラルスキー法シリコン単結晶製造装置に備え付けられている熱遮蔽体とシリコン融液との間の距離を調整しながらシリコン単結晶インゴットの製造を行うことを特徴とする請求項2記載のシリコン単結晶インゴットの製造方法。

4. シリコン単結晶インゴットの製造の際に、シリコン単結晶インゴットの引き上げ速度を変化させることを特徴とする請求項2または請求項3記載のシリコン単結晶インゴットの製造方法。

5. 請求項2から4いずれか1項に記載のシリコン単結晶インゴットから得ら

25

れる、内径が全体の70%以下のOSFリングが存在し、かつ、その周囲に全体の50%以上の表面積（片面）を占める無欠陥領域が存在するシリコン単結晶ウェーハ。

6. 請求項2から4いずれか1項に記載のシリコン単結晶インゴットから得られる、内径が全体の50%以下のOSFリングが存在し、かつ、その周囲に全体の75%以上の表面積（片面）を占める無欠陥領域が存在するシリコン単結晶ウェーハ。

7. CZ法により、下記の①及び②を満たす条件で引き上げられたシリコンインゴット。

①「 $1.15 \leq (G1_{\text{edge}} / G1_{\text{center}}) \leq 1.25$ 」

②「 $0.5 < (\text{OSFリング内径} / \text{結晶径}) < 1.06 \times (G1_{\text{center}} \times G2_{\text{center}})^{-0.2}$ 」

8. 請求項7記載のシリコンインゴットから切り出され、OSFリングの内径がウェーハの内径の1/2以上であることを特徴とするシリコンウェーハ。

9. CZ法により、下記の①及び②を満たす条件で引き上げることを特徴とするシリコンインゴットの製造方法。

①「 $1.15 \leq (G1_{\text{edge}} / G1_{\text{center}}) \leq 1.25$ 」

②「 $0.5 < (\text{OSFリング内径} / \text{結晶径}) < 1.06 \times (G1_{\text{center}} \times G2_{\text{center}})^{-0.2}$ 」

10. CZ法により作製されるシリコンインゴットから切り出されるシリコンウェーハであって、OSFリングの内径がウェーハの内径の1/2以上であることを特徴とする非アニール用シリコンウェーハ。

11. シリコンインゴットが「 $1.15 \leq (G1_{\text{edge}} / G1_{\text{center}}) \leq 1.25$ 」となる条件で引き上げられて製造されたことを特徴とする請求項10記載

2 6

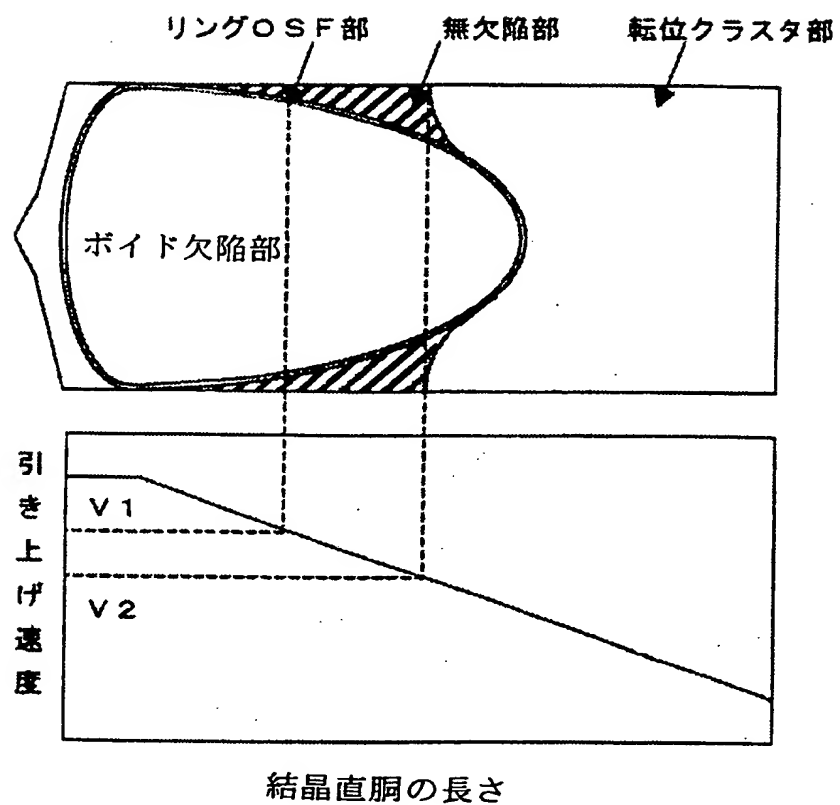
の非アニール用シリコンウェハ。

1 2. CZ法により作製されるシリコンインゴットから切り出されるシリコンウェハにおいて、OSFリングの内径を拡大することにより、その内側に存在するボイド欠陥領域におけるボイド欠陥の密度を低下させる方法。

1 3. CZ法により作製されるシリコンインゴットから切り出されるシリコンウェハであって、OSFリング内径の結晶径に対する比率と、 $G1 \times G2$ 、及び $G1\text{ edge} / G1\text{ center}$ を制御することにより、OSFリング内側の領域の酸化膜耐圧を向上させる方法。

1 / 3

図 1



2 / 3

図 2

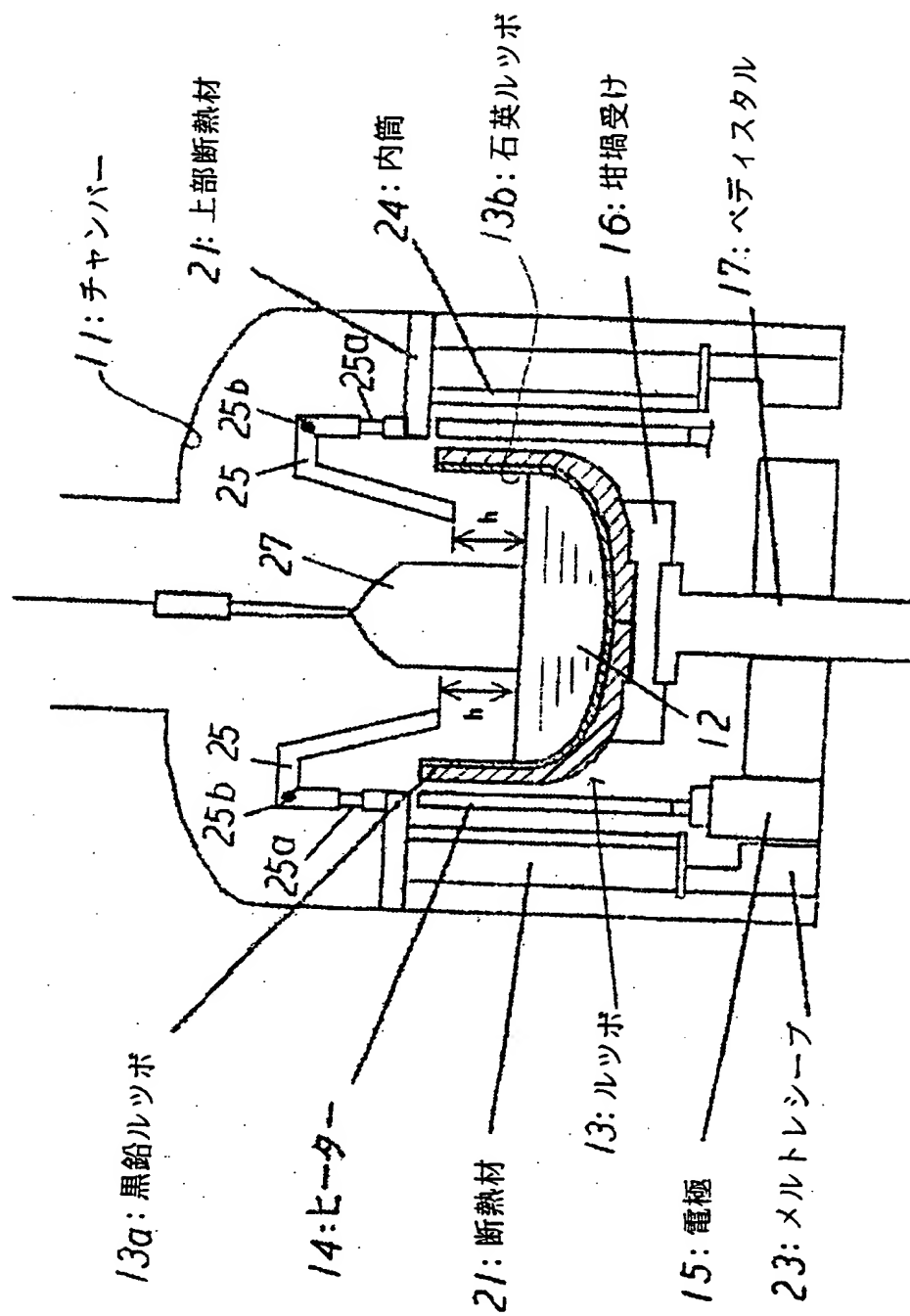
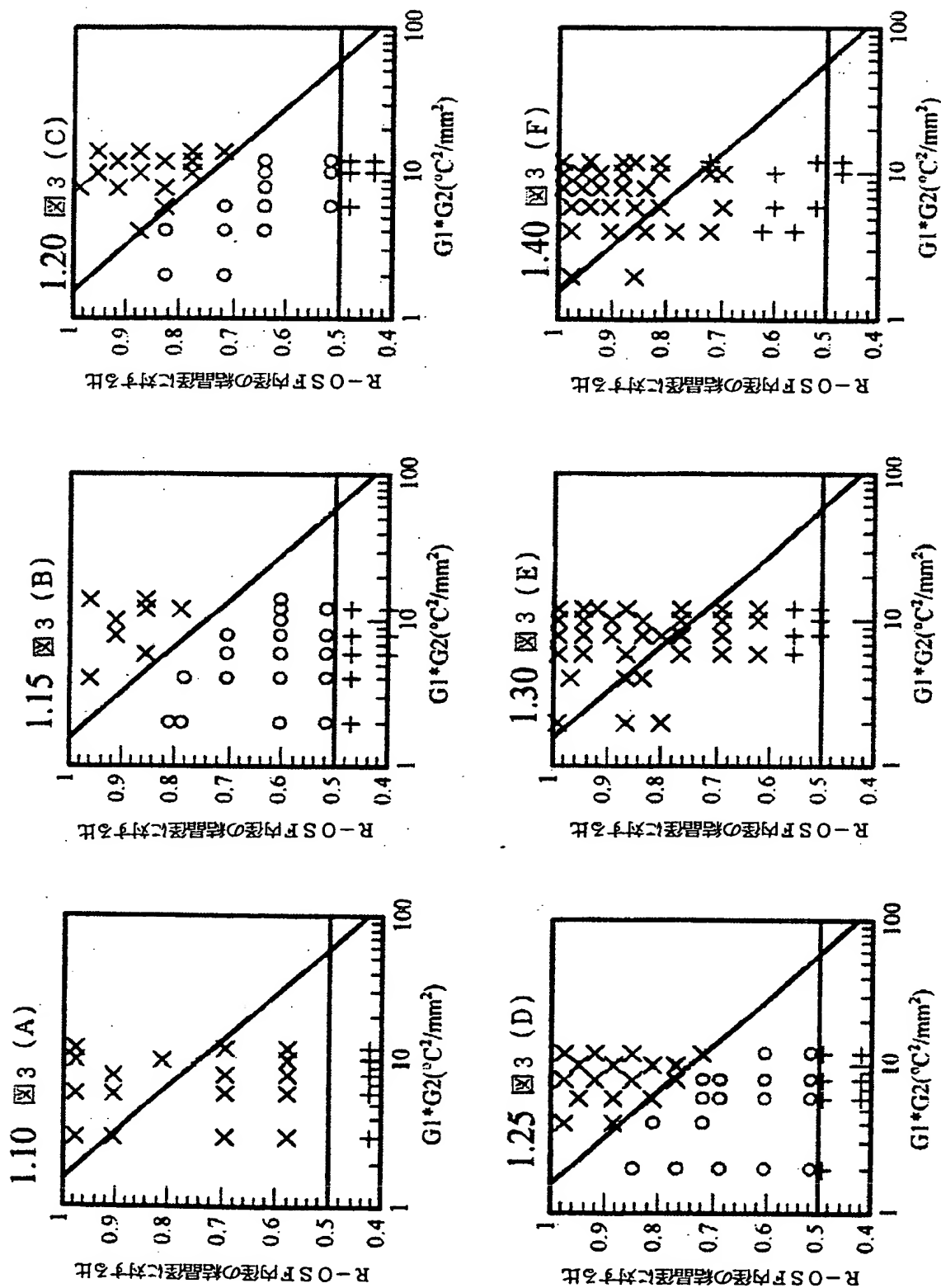


図 3





.

,

,

.

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP99/06478

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER
Int.Cl.⁷ C30B29/06

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)

Int.Cl.⁷ C30B1/00-35/00

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Jitsuyo Shinan Koho	1926-1996	Toroku Jitsuyo Shinan Koho	1994-2000
Kokai Jitsuyo Shinan Koho	1971-2000	Jitsuyo Shinan Toroku Koho	1996-2000

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X	JP, 08-330316, A (Sumitomo Sitix Corporation), 13 December, 1996 (13.12.96), Par. No. [0008]; Fig. 1(A), Fig. 2	1 2, 5, 6, 10, 11 4
X	Par. No. [0036]; Fig. 2	3
Y	& US, 5954873, A	7-9, 13
X	Masataka Horai, et al., "Defect Control Technology for Si Crystal Growth (in Japanese)", Transaction of Japan Crystal Growth Society, December 1998, Vol. 25, No. 5, p. 207-213, especially, see p.211 and Fig. 6	12
Y	JP, 08-268794, A (Sumitomo Sitix Corporation), 15 October, 1996 (15.10.96), Claim 2 (Family: none)	3
PX	JP, 11-157995, A (Sumitomo Sitix Corporation), 15 June, 1999 (15.06.99), Claim 1; Figs. 1, 5, (b) (Family: none)	1, 2, 5, 6, 10, 11
A	JP, 10-152395, A (Komatsu Electronic Metals Co., LTD.),	7-9, 13

☒ Further documents are listed in the continuation of Box C.
 ☐ See patent family annex.

* Special categories of cited documents:	"T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention
"A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance	"X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone
"E" earlier document but published on or after the international filing date	"Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art
"L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)	"&" document member of the same patent family
"O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means	
"P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed	

Date of the actual completion of the international search
15 February, 2000 (15.02.00)Date of mailing of the international search report
22 February, 2000 (22.02.00)Name and mailing address of the ISA/
Japanese Patent Office

Authorized officer

Facsimile No.

Telephone No.

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP99/06478

C (Continuation). DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
	09 June, 1998 (09.06.98) & US, 5968262, A	

A. 発明の属する分野の分類 (国際特許分類 (IPC))

Int. Cl. C 30 B 29/06

B. 調査を行った分野

調査を行った最小限資料 (国際特許分類 (IPC))

Int. Cl. C 30 B 1/00-35/00

最小限資料以外の資料で調査を行った分野に含まれるもの

日本国実用新案公報 1926-1996年

日本国公開実用新案公報 1971-2000年

日本国登録実用新案公報 1994-2000年

日本国実用新案登録公報 1996-2000年

国際調査で使用した電子データベース (データベースの名称、調査に使用した用語)

C. 関連すると認められる文献

引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求の範囲の番号
X X X Y A	JP, 08-330316, A(住友チックス株式会社), 13. 12月. 1996 (13. 12. 96), 【0008】欄, 【図1】(A) 【図2】 【0036】欄 【図2】 & US, 5954873, A	1 2, 5, 6, 10, 11 4 3 7-9, 13
X	宝来正隆ほか, 「Si結晶成長の欠陥制御技術」, 日本結晶成長学会誌, 12月 1998, 第25巻, 第5号, p. 207-213 特にp. 211とFig. 6参照	12

☒ C欄の続きにも文献が列挙されている。☐ パテントファミリーに関する別紙を参照。

* 引用文献のカテゴリー

「A」 特に関連のある文献ではなく、一般的技術水準を示すもの

「E」 国際出願日前の出願または特許であるが、国際出願日以後に公表されたもの

「L」 優先権主張に疑義を提起する文献又は他の文献の発行日若しくは他の特別な理由を確立するために引用する文献 (理由を付す)

「O」 口頭による開示、使用、展示等に言及する文献

「P」 国際出願日前で、かつ優先権の主張の基礎となる出願

の日の後に公表された文献

「T」 国際出願日又は優先日後に公表された文献であって出願と矛盾するものではなく、発明の原理又は理論の理解のために引用するもの

「X」 特に関連のある文献であって、当該文献のみで発明の新規性又は進歩性がないと考えられるもの

「Y」 特に関連のある文献であって、当該文献と他の1以上の文献との、当業者にとって自明である組合せによって進歩性がないと考えられるもの

「&」 同一パテントファミリー文献

国際調査を完了した日

15. 02. 00

国際調査報告の発送日

22.02.00

国際調査機関の名称及びあて先

日本国特許庁 (ISA/J P)

郵便番号 100-8915

東京都千代田区霞が関三丁目4番3号

特許庁審査官 (権限のある職員)

五十棲 毅



4 G

9 4 4 0

電話番号 03-3581-1101 内線 3416

C (続き) . 関連すると認められる文献		
引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求の範囲の番号
Y	JP, 08-268794, A (住友チックス株式会社), 15. 10月. 1996 (15. 10. 96), 【請求項2】 (ファミリーなし)	3
PX	JP, 11-157995, A (住友チックス株式会社), 15. 6月. 1999 (15. 06. 99), 【請求項1】 , 【図1】 , 【図5】 (b) (ファミリーなし)	1, 2, 5, 6, 10, 11
A	JP, 10-152395, A (コマツ電子金属株式会社), 9. 6月. 1998 (09. 06. 98) & US, 5968262, A	7-9, 13